

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-255995

(43)Date of publication of application : 21.09.1999

(51)Int.Cl.

C08L 33/06
B01F 17/18
B01F 17/52
B01J 13/00
C08F 2/24
C08F220/18
C08F220/24
C08L 27/12

(21)Application number : 10-073133

(71)Applicant : NIPPON MEKTRON LTD

(22)Date of filing : 06.03.1998

(72)Inventor : YAMAMOTO KAZUHIRO
ISHIDA YUZURU

(54) PRODUCTION OF AQUEOUS EMULSION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an aqueous emulsion including no organic solvent at all and having excellent water and oil repellency and anionic resistance by emulsion-polymerizing a (meth)acrylic ester containing a polyfluoroalkyl group and stearyl (meth)acrylate using a betaine-type emulsifier and a nonionic emulsifier at a specified pH.

SOLUTION: This emulsion is obtained by emulsion polymerization between (A) a polyfluoroalkyl group-containing (meth)acrylic ester of the formula $\text{CH}_2=\text{C}(\text{RCOOR}_1\text{R}_f)$ (R is H or methyl; R₁ is a bivalent organic group; R_f is a 4-20C perfluoroalkyl) and (B) stearyl (meth)acrylate using (C) a betaine-type emulsifier (e.g. stearyl dimethylbetaine) and (D) a nonionic emulsifier at pH 2-5.5 preferably in the presence of a radical initiator such as potassium persulfate in an aqueous medium at a temp. of about 40-80° C for about 1-10 h.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

04.08.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

特開平11-255995

(43)公開日 平成11年(1999) 9月21日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	F I	
C 0 8 L 33/06		C 0 8 L 33/06	
B 0 1 F 17/18		B 0 1 F 17/18	
	17/52		17/52
B 0 1 J 13/00		B 0 1 J 13/00	A
C 0 8 F 2/24		C 0 8 F 2/24	
審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 6 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号	特願平10-73133	(71)出願人	000230249 日本メクトロン株式会社 東京都港区芝大門1丁目12番15号
(22)出願日	平成10年(1998) 3月6日	(72)発明者	山本 和弘 茨城県北茨城市中郷町栗野789-73
		(72)発明者	石田 譲 茨城県北茨城市磯原町磯原1919-136
		(74)代理人	弁理士 吉田 俊夫

(54)【発明の名称】 水性エマルジョンの製造法

(57)【要約】

【課題】 有機溶媒を全く含まず、撥水撥油性能およびアニオン耐性にすぐれた水性エマルジョンの製造法を提供する。

【解決手段】 ポリフルオロアルキル基含有(メタ)アクリル酸エステルとステアリル(メタ)アクリレートとをベタイン型乳化剤またはアルキルアミンオキサイド型乳化剤およびノニオン系乳化剤を用い、2~5.5のpH条件下で乳化重合し、水性エマルジョンを製造する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリフルオロアルキル基含有(メタ)アクリル酸エステルとステアリル(メタ)アクリレートとをベタイン型乳化剤およびノニオン系乳化剤を用い、2~5.5のpH条件下で乳化重合させることを特徴とする水性エマルジョンの製造法。

【請求項2】 ポリフルオロアルキル基含有(メタ)アクリル酸エステルとステアリル(メタ)アクリレートとをアルキルアミノオキサイド型乳化剤およびノニオン系乳化剤を用い、2~5.5のpH条件下で乳化重合させることを特徴とする水性エマルジョンの製造法。

【請求項3】 更に架橋性基含有単量体を共重合させる請求項1または2記載の水性エマルジョンの製造法。

【請求項4】 請求項1、2または3で製造された水性エマルジョンを有効成分とする撥水撥油剤。

【請求項5】 pHをアルカリ性にして用いられる請求項記載の撥水撥油剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、水性エマルジョンに関する。更に詳しくは、撥水撥油剤の有効成分などとして用いられる水性エマルジョンに関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、ポリフルオロアルキル基含有(メタ)アクリル酸エステルとステアリル(メタ)アクリレートとを共重合反応させて水性エマルジョンを得るには、カチオン系乳化剤とノニオン型乳化剤とを用い、乳化重合法によって行われるのが一般的である。この際、カチオン系乳化剤が存在しないとステアリル(メタ)アクリレートの乳化が行われず、その乳化を容易にするために、アセトンまたはそれとエチレングリコールとの混合物、グリコールエーテル、グリコールエステル等の有機溶媒を使用することも、以下に述べる先行技術にみられるように、一般に行われている。

【0003】 特公昭63-14027号公報：パーフルオロアルキルアルキル(メタ)アクリレートと単独重合または共重合させるに際し、ジメチルアルキルアミンまたはその塩(カチオン系乳化剤)およびノニオン系乳化剤とが併用され、重合系にはアセトンも添加されている。

【0004】 特公平2-25374号公報：前記2種類の単量体に加えて2-ヒドロキシ-3-クロロプロピル(メタ)アクリレートとを共重合させて、撥水撥油剤として有効な水性エマルジョンを得ているが、乳化重合反応は、水にアセトンを加え、ポリオキシエチレンアルキルフェノール(ノニオン系乳化剤)とジメチルアルキルアミン酢酸塩(カチオン系乳化剤)の併用によって行われている。

【0005】 特公平3-44593号公報：上記特公平2-25374号公報記載の発明において、カチオン系乳化剤としてステアリルトリメチルアンモニウムクロライドが用いられ、反応溶媒としては水-アセトン-エチレングリコール

混合溶媒が用いられている。

【0006】 特公平5-263070号公報：前記2種類の単量体に加えてN-メチロールアクリルアミドを共重合させて、撥水撥油剤として有効な水性エマルジョンを得ているが、乳化重合反応は、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルの水溶液を用い、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル(ノニオン系乳化剤)およびアルキルトリメチルアンモニウムクロライド(カチオン系乳化剤)の併用によって行われている。

【0007】 特開平6-17034号公報：前記2種類の単量体に加えて2-ヒドロキシエチルアクリレートおよびジメチルアクリルアミドを共重合させて、撥水撥油剤として有効な水性エマルジョンを得ているが、乳化重合反応は、水にジプロピレングリコールモノエチルエーテル等のグリコールエーテル系溶媒を加え、 $C_{16}H_{33}O(C_2H_4)_3H$ (ノニオン系乳化剤)および $C_{12}H_{25}N^+H(CH_3)_2 \cdot CH_3COO^-$ (カチオン系乳化剤)を併用して行われている。

【0008】 これらの乳化重合反応において、ノニオン系乳化剤と共にカチオン系乳化剤が併用されるのは、次のような理由による。カチオン系乳化剤で覆われた重合体粒子は、撥水撥油剤として用いられたとき、繊維への吸着力が強く、撥水撥油性も概して良好である。通常、撥水撥油加工を行う際には、同時に有機または無機の塩類を主成分とする帯電防止剤を併用して帯電防止加工したり、触媒として無機塩類を含有する樹脂を用いてメラミン樹脂加工したりすることも多く、これらの場合、塩等のイオン性を有する成分、特にアニオン性物質の共存下では、撥水撥油処理浴が、有効成分の布などへの適用前に乳化が破壊される現象がしばしばみられる。染色の場合も同様であり、染料を分散させるために用いられているアニオン系乳化剤が同様に作用する。

【0009】 また、水性エマルジョンの製造に際し有機溶媒を併用すると、作業環境を悪化させるばかりではなく、排水中に有機溶媒が混入し、BOD、CODを増加させるという問題をもたらす。

【0010】 従って、カチオン系乳化剤を用いて製造された水性エマルジョンの耐アニオン性を改善させ、有機溶媒を全く含まない水性エマルジョンの提供は、それを撥水撥油剤の有効成分として用いる上で不可欠のものとなっている。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、有機溶媒を全く含まず、撥水撥油性およびアニオン耐性にすぐれた水性エマルジョンの製造法を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】 かかる本発明の目的は、ポリフルオロアルキル基含有(メタ)アクリル酸エステルとステアリル(メタ)アクリレートとをベタイン型乳化剤またはアルキルアミノオキサイド型乳化剤およびノニ

ン系乳化剤を用い、2~5.5のpH条件下で乳化重合し、水性エマルジョンを製造することによって達成される。

【0013】

【発明の実施の形態】ポリフルオロアルキル基含有(メタ)アクリル酸エステルとしては、一般式

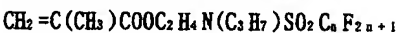
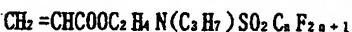
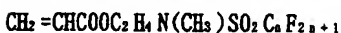


R:水素原子またはメチル基

R₁:2価の有機基

Rf:炭素数4~20のパーフルオロアルキル基

で表わされるものが用いられ、例えば次のような(メタ)アクリル酸エステル化合物が示される。



【0014】これらの例示された(メタ)アクリル酸エステル化合物の中で、好ましくはR₁=C₂H₅のものが用いられ、またそのポリパーフルオロアルキル基は直鎖状のものであって、nが種々の値をとるものの混合物が、性能およびコストの面からみて一般に用いられる。

【0015】これらのポリパーフルオロアルキル基含有単量体と共重合されるステアリル(メタ)アクリレートとは、撥水撥油性能とアニオン耐性の両方の観点から、前者が約30~90重量%、好ましくは約45~85重量%に対し、後者が約70~10重量%、好ましくは約55~15重量%の割合で共重合されて用いられる。なお、ステアリル(メタ)アクリレートの一部(約10重量%以下)を、他のフッ素非含単量体、例えば塩化ビニリデン、塩化ビニル、ベンジル(メタ)アクリレート、シクロヘキシク(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシク(メタ)アクリレート等で置換し、同時に共重合反応させることもできる。

【0016】これらの成分からなるポリフルオロアルキル基含有共重合体中には、ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルメタクリレート、グリセリンモノメタクリレート、アルキレングリコールモノ(メタ)アクリレート等の水酸基含有単量体を、共重合体中約10重量%以下、好ましくは約0.5~7重量%を占めるような割合で、更に共重合させることができる。これらの単量体は、撥水撥油剤の密着性を向上させたり、あるいは水酸基と反応する架橋剤を用いることにより撥水撥油

剤の耐久性を向上せしめることができる。

【0017】共重合体中には更に、共重合体中約10重量%以下、好ましくは約0.5~7重量%を占めるような割合で、架橋性基含有単量体、例えばN-メチロール(メタ)アクリルアミド、N-メトキシメチルアクリルアミド、N-ブトキシメチルアクリルアミド、アクリルアミド、グリシジル(メタ)アクリレート等を共重合させることができる。これらの架橋性基含有単量体は、繊維表面の水酸基と架橋したりあるいは自己架橋して、撥水撥油剤の耐久性を高めることができる。

【0018】共重合反応は、ベタイン型乳化剤またはアルキルアミンオキシド型乳化剤およびノニオン系活性剤を用い、2~5.5のpH条件下で乳化重合させることによって行われる。

【0019】ベタイン型乳化剤としては、例えばラウリルジメチルベタイン、テトラデシルジメチルベタイン、ステアリルジメチルベタイン、オレイルアミドジメチルベタイン、ココアルキルジメチルベタイン等が用いられ、好ましくはステアリルジメチルベタインが用いられる。

【0020】また、アルキルアミンオキシド型乳化剤としては、例えばジメチルラウリンアミンオキシド、ジメチルセチルアミンオキシド、ジメチルステアリルアミンオキシド、ジヒドロキシエチルラウリルアミンオキシド等が用いられ、好ましくはジメチルステアリルアミンオキシドが用いられる。

【0021】これらのベタイン型またはアルキルアミンオキシド型乳化剤約20~80重量%、好ましくは約30~70重量%に対し、約80~20重量%、好ましくは約70~30重量%の割合で併用されるノニオン系界面活性剤としては、好ましくはポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル等のポリオキシエチレンエーテル誘導体が挙げられる。これらの乳化剤は、合計して単量体混合物100重量部当り約3~9重量部、好ましくは約4~7重量部の割合で用いられる。この際、反応系のpHは2~5.5、好ましくは3~5の範囲内に維持される。

【0022】ステアリル(メタ)アクリレートは、カチオン型の乳化剤が存在しないと非常に不安定となり、乳化重合し難くなる。ベタイン型またはアルキルアミンオキシド型の乳化剤は、pHを下げないとカチオン型とはならず、重合時に沈殿が生じたり、ステアリル(メタ)アクリレートが浮遊物として析出したりして、乳化重合することができないので、上記の如きpH範囲に維持することが必要である。このようなpH範囲への調節は、一般にリン酸等の無機酸または酢酸、クエン酸等の有機酸、好ましくは有機酸の添加によって行われる。

【0023】かかる乳化剤の存在下での乳化重合反応は、ラジカル重合開始剤の存在下で行われる。ラジカル開始剤としては、有機過氧化物、アゾ化合物、過硫酸塩等のいずれをも用いることができるが、好ましくは過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、2,2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)・2塩酸塩等が用いられる。反応は、水媒体中約40~80℃で約1~10時間程度行われ、そこに固形分濃度約15~35重量%の水性エマルジョンを形成させる。

【0024】

【発明の効果】本発明方法によって得られた水性エマル*

実施例1

$\text{CH}_2=\text{CHCOOC}_2\text{H}_4\text{C}_6\text{F}_{11}$	300g
(n=6~14の混合物で平均9.0)	
ステアリルメタクリレート	175g
ポリオキシエチレンフェニルエーテル	7.5g
(花王製品エマルゲン930、HLB=15.1)	
ポリオキシエチレンフェニルエーテル	7.5g
(花王製品エマルゲン950、HLB=18.2)	
ステアリルベタイン(花王製品アンヒトール86B、26%)	57.7g
脱イオン水	1225ml

[全乳化剤の単量体混合物に対する割合は6重量%]

【0028】以上の各成分を容量2Lの攪拌機付きガラス製セパラブルフラスコ中に仕込み、そこにクエン酸1gを加えて、pHを4.4とした。高圧ホモジナイザ(日本精機製)を用い、600Kgf/cm²の圧力で乳化処理した後、窒素ガスを吹き込みながら、30分間攪拌した。

【0029】反応容器内温を徐々に上げ、40℃になったら、100mlの脱イオン水に溶解させたN-メチロールアクリルアミド25gおよび100mlの脱イオン水に溶解させた2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)・2塩酸塩(和光純薬製品V-50)12gを投入し、更に内温を70℃迄徐々に上げ、この温度で4時間反応させた。反応終了後冷却し、固形分濃度26.0重量%の水性エマルジョン1970g(回収率94.3%)を得た。

【0030】実施例2

実施例1において、ステアリルメタクリレートの代りに同量のステアリルアクリレートを、ステアリルベタインの代りに同量のジメチルステアリルアミンオキサイド(日本油脂製品ユニセーフA-SM、含量35%)をそれぞれ用い、クエン酸量を2gにして、pHを4.0とした。

【0031】実施例3

実施例1において、ステアリルメタクリレート量を87.5gに変更し、他にステアリルアクリレートを87.5g用いると共に、N-メチロールアクリルアミドの代りに同量のメトキシメチロールアクリルアミドを用いた。

【0032】比較例1~2

実施例1または2において、クエン酸を用いないと、重合反応中に多量の沈殿が発生した。

【0033】比較例3

*ジョンは、その固形分濃度を約0.1~1重量%程度に水で希釈することにより、有機溶媒を全く含まない水分散型の撥水撥油剤として使用することができる。

【0025】しかも、この撥水撥油剤は、そのpHを中性からアルカリ性にコントロールして用いたとき、染料中などにアニオン活性剤が含まれていても、浴液が不安定となり、撥水撥油剤成分や染料成分などを沈殿させたりすることがない。

【0026】

【実施例】次に、実施例について本発明を説明する。

【0027】

実施例1において、ステアリルベタインおよびクエン酸を用いず、2種類のポリオキシエチレンフェニルエーテル量をいずれも2倍(15.0g)にしたが、重合反応中に多量の沈殿が発生した。

【0034】比較例4

実施例1において、ステアリルベタインの代りに、53.6gのステアリルトリメチルアンモニウムクロライド(花王製品コータミン86W、含量28%)を用い、安定な乳白色水性エマルジョンを得た。

【0035】比較例5

比較例4において、脱イオン水の一部(300ml)を同量のアセトンで置換し、安定な乳白色エマルジョンを得た。

【0036】比較例6

実施例1において、ステアリルベタインの代りにラウリルジメチルアミンオキサイド(花王製品アンヒトール20N、35%)171.4g(単量体混合物に対して15重量%)を用い、またクエン酸を用いないと、重合反応中に多量の沈殿が生じ、安定なエマルジョンを得ることができなかった。

【0037】比較例7

実施例1において、ベタイン型乳化剤および2種類のノニオン系乳化剤の代りに、ステアリルジメチルアミンオキサイド(日本油脂製品ユニセーフA-SM、35%)214.3g(単量体混合物に対して15重量%)を用いると、重合反応中に多量の沈殿が生じ、安定なエマルジョンを得ることができなかった。

【0038】実施例4~6、比較例8~9

50 実施例1~3および比較例4~5でそれぞれ得られた水性エ

マルジョンが所定の処理液固形分濃度に水で希釈され、このようにして調製された撥水撥油剤エマルジョンが、綿/ポリエステル混紡、ナイロンタフタおよびポリエステルアムゼンの3種類の布帛に対して適用され、撥水撥油処理してその性能を評価すると共に、アニオン耐性*

*試験を行った。

(処理方法)処理浴に各種布帛を浸漬し、マングルで所定のピックアップ迄絞った。その後、乾燥を行ない、キュアを行った。用いられた条件は、下記の如くである。

	混紡	ナイロン	ポリエステル
処理液固形分濃度(%)	0.5	0.5	0.25
ピックアップ (%)	100	40	60
乾燥条件	80℃、10分	80℃、10分	80℃、10分
キュア条件	150℃、3分	170℃、1.5分	150℃、3分

(撥水性能)JIS L-1092(1992)のスプレー試験によるNo.で示す

No.は0から100迄あり、No.の大きいもの程撥水性が良い(撥油性性能)

AATCC TM-118(1992)によるNo.で示す

No.は0から8迄あり、No.の大きいもの程撥油性が良い

(アニオン耐性試験)ポリエステル用分散染料であるカセ

ロン ポリエステル ブルー ADL-S(分散剤としてアニオン系活性剤を含んでいる)の1重量%水溶液2.5gを、固形分濃度0.5重量%に0.01モル濃度のNaOH水溶液の所定量を加えることによりpHを7,8または9に調整した溶液50gに加え、振とうして、染料および共重合体樹脂が沈殿しない場合を○、沈殿が生じたものを×とした。

【0039】得られた結果は、次の表に示される。

表

例	撥水性/撥油性			アニオン耐性		
	混紡	ナイロン	ポリエステル	pH7	pH8	pH9
実施例4	100/5	100/6	100/5	×	○	○
" 5	"	"	"	○	○	○
" 6	"	"	"	×	○	○
比較例8	70/5	80/6	"	×	×	×
" 9	100/5	100/6	"	×	×	×

【手続補正書】

【提出日】平成11年2月17日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正内容】

【0006】 特開平5-263070号公報:前記2種類の単量体に加えてN-メチロールアクリルアミドを共重合させて、撥水撥油剤として有効な水性エマルジョンを得ているが、乳化重合反応は、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルの水溶液を用い、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル(ノニオン系乳化剤)およびアルキルトリメチルアンモニウムクロライド(カチオン系乳化剤)の併用によって行われている。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正内容】

【0015】 これらのポリフルオロアルキル基含有単量体およびそれと共重合されるステアリル(メタ)アクリレートは、撥水撥油性とアニオン耐性の両方の観点か

ら、前者が約30~90重量%、好ましくは約45~85重量%に対し、後者が約70~10重量%、好ましくは約55~15重量%の割合で共重合されて用いられる。なお、ステアリル(メタ)アクリレートの一部(約10重量%以下)を、他のフッ素非含有単量体、例えば塩化ビニリデン、塩化ビニル、ベンジル(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート等で置換し、同時に共重合反応させることもできる。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

【補正方法】変更

【補正内容】

【0020】 また、アルキルアミノオキシド型乳化剤としては、例えばジメチルラウリルアミノオキシド、ジメチルセチルアミノオキシド、ジメチルステアリルアミノオキシド、ジヒドロキシエチルラウリルアミノオキシド等が用いられ、好ましくはジメチルステアリルアミノオキシドが用いられる。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正内容】

【0021】これらのベタイン型またはアルキルアミンオキサイド型乳化剤約20～80重量%、好ましくは約30～70重量%に対し、約80～20重量%、好ましくは約70～30重量%の割合で併用されるノニオン系乳化剤としては、好ましくはポリオキシエチレン라우リルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル等のポリオキシエチレンエーテル誘導体が挙げられる。これらの乳化剤は、合計して単量体混合物100重量部当り約3～9重量部、好ましくは約4～7重量部の割合で用いられる。この際、反応系のpHは2～5.5、好ましくは3～5の範囲内に維持される。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0036

【補正方法】変更

【補正内容】

【0036】比較例6

実施例1において、ステアリルベタインの代りにジメチルラウリルアミンオキサイド（花王製品アンヒトール20N、35%）171.4g（単量体混合物に対して15重量%）を用い、またクエン酸を用いないと、重合反応中に多量の沈殿が生じ、安定なエマルジョンを得ることができなかった。

*

	混紡
処理液固形分濃度(%)	0.5
ピックアップ (%)	100
乾燥条件	80℃、10分
キュア条件	150℃、3分

（撥水性能）JIS L-1092(1992)のスプレー試験によるNo.で示す

No. は0から100迄あり、No. の大きいもの程撥水性が良い（撥油性能）

AATCC TM-118(1992)によるNo.で示す

No. は0から8迄あり、No. の大きいもの程撥油性が良い

（アニオン耐性試験）ポリエステル用分散染料であるカセ

*【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正内容】

【0037】比較例7

実施例1において、ベタイン型乳化剤および2種類のノニオン系乳化剤の代りに、ジメチルステアリルアミンオキサイド（日本油脂製品ユニセーフA-SM、35%）214.3g（単量体混合物に対して15重量%）を用いると、重合反応中に多量の沈殿が生じ、安定なエマルジョンを得ることができなかった。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0038

【補正方法】変更

【補正内容】

【0038】実施例4～6、比較例8～9

実施例1～3および比較例4～5でそれぞれ得られた水性エマルジョンが所定の処理液固形分濃度に水で希釈され、このようにして調製された撥水撥油剤エマルジョンが、綿/ポリエステル混紡、ナイロンタフタおよびポリエステルアムンゼンの3種類の布帛に対して適用され、撥水撥油処理してその性能を評価すると共に、アニオン耐性試験を行った。

（処理方法）処理浴に各種布帛を浸漬し、マングルで所定のピックアップ迄絞った。その後、乾燥を行ない、キュアを行った。用いられた条件は、下記の如くである。

	混紡	ナイロン	ポリエステル
処理液固形分濃度(%)	0.5	0.5	0.25
ピックアップ (%)	100	40	60
乾燥条件	80℃、10分	80℃、10分	80℃、10分
キュア条件	150℃、3分	170℃、1.5分	150℃、3分

ロン ポリエステル ブルー AUL-S（分散剤としてアニオン系活性剤を含んでいる）の1重量%水溶液2.5gを、固形分濃度0.5重量%の撥水剤水溶液に0.01モル濃度のNaOH水溶液の所定量を加えることによりpHを7、8または9に調整した溶液50gに加え、振とうして、染料および共重合体樹脂が沈殿しない場合を○、沈殿が生じたものを×とした。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

識別記号

F I

C 0 8 F 220/18

C 0 8 F 220/18

220/24

220/24

C 0 8 L 27/12

C 0 8 L 27/12